

## Process and apparatus for heat treating of metallic workpieces

**Patent number:** EP1160349

**Publication date:** 2001-12-05

**Inventor:** LERCHE WOLFGANG DR (DE); EDENHOFER BERND DR (DE); LOHRMANN MICHAEL DR (DE)

**Applicant:** IPSEN INTERNAT GMBH (DE)

**Classification:**

- **international:** C23C8/22; C23C8/32

- **european:** C23C8/22; C23C8/32

**Application number:** EP20000111129 20000524

**Priority number(s):** EP20000111129 20000524

**Also published as:**

EP1160349 (B1)

**Cited documents:**

DE19704871

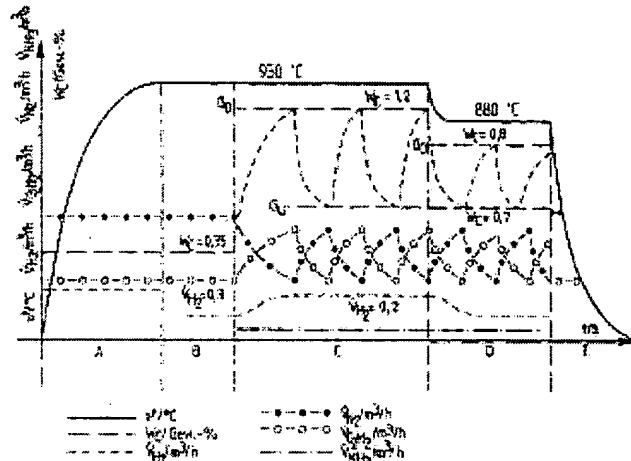
US5139584

EP0080124

FR2777911

### Abstract of EP1160349

Apparatus for heat treating metallic workpieces comprises a heating chamber in which the workpieces are heated and subjected to a gas atmosphere containing nitrogen and a hydrocarbon; and devices for introducing nitrogen and hydrocarbons into the gas atmosphere depending on the carburizing index which represents the carbon content in the edge layer. An Independent claim is also included for a heat treatment process using the above apparatus. The apparatus preferably also has devices for introducing ammonia. The heating chamber is hermetically sealed and is flushed with an inert gas, preferably nitrogen.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

**BEST AVAILABLE COPY**

## Process and apparatus for heat treating of metallic workpieces

### Description of EP1160349

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Wärmebehandlung metallischer Werkstücke, insbesondere zum Aufkohlen oder Carbonitrieren von Eisenwerkstoffen. Sie bezieht sich ferner auf eine Vorrichtung, mit der sich ein solches Verfahren durchführen lässt.

[0002] Zum Erzeugen von definierten Werkstückeigenschaften, wie etwa einer hohen Verschleiss- oder Wechselfestigkeit, werden metallische Werkstücke einer thermochemischen Wärmebehandlung unterzogen. Das Ergebnis der Wärmebehandlung ist beim Aufkohlen oder Carbonitrieren die Anreicherung der Randschicht der Werkstücke mit Kohlenstoff und/oder Stickstoff, um aufgrund der veränderten Werkstoffzusammensetzung den Werkstücken nach einem anschliessenden Härteln die geforderten mechanischen Eigenschaften zu verleihen.

[0003] Von besonderem Einfluss auf das Behandlungsergebnis ist neben den allgemeinen Prozessparametern Druck, Temperatur und Behandlungsdauer in erster Linie die Zusammensetzung einer die Anreicherung der Randschicht mit Kohlenstoff und/oder Stickstoff bewirkenden Gasatmosphäre. So kann es etwa erforderlich sein, der Gasatmosphäre ein Reduktionsmittel beizugeben, um eine unzulässig hohe Oxidation der Oberfläche der Werkstücke durch den sich beim Beladen der Werkstücke in einen Wärmebehandlungsofen aufgrund des unvermeidlichen Lufteintritts bemerkbar machenden Sauerstoff zu vermeiden.

[0004] Im Stand der Technik sind darüber hinaus eine Reihe von Verfahrensweisen bekannt, um die Zusammensetzung der Gasatmosphäre in Hinsicht auf das angestrebte Behandlungsergebnis anzupassen. Die Gasatmosphäre ist dabei in Abhängigkeit von der Aufkühlungstemperatur in ihrer Aufkühlungswirkung an die jeweiligen Erfordernisse anzupassen. Eine übliche Verfahrensweise ist das sogenannte Sättigungs-Ausgleichs-Verfahren, bei dem während einer Anreicherungsphase die maximal mögliche Kohlenstoffmenge in der Gasatmosphäre bereitgestellt wird, um eine Sättigung der Randschicht mit Kohlenstoff in kurzer Zeit zu erreichen. Zum Erhalt des gewünschten Kohlenstoffgehalts in der Randschicht wird dann während einer sich anschliessenden Diffusionsphase der Stoffaustausch mit der Gasatmosphäre eingeschränkt oder unterbunden, indem entweder eine Gasatmosphäre mit herabgesetztem Kohlenstoffangebot eingestellt oder die Gasatmosphäre evakuiert beziehungsweise gegen ein Inertgas ausgetauscht wird.

[0005] Ein hierauf basierendes Verfahren offenbart die DE-A-31 39 622, wobei die Anreicherungsphase dabei durch unterschiedliche Regelung des Kohlenstoffpegels der Gasatmosphäre in eine erste und eine zweite Periode unterteilt ist. Während der ersten Periode wird das maximal mögliche Kohlenstoffpotentialgefälle zwischen Gasatmosphäre und der Randschicht zur Beschleunigung des Stoffübergangs und damit der Diffusion ausgenutzt. Mit Beginn der zweiten Periode wird das Kohlenstoffpotentialgefälle zur Vermeidung einer schädlichen Carbidbildung verringert und der Kohlenstoffpegel der Gasatmosphäre soweit abgesenkt, dass während der weiteren Diffusionsphase eine vorbestimmte Grenze des Kohlenstoffgehaltes der Randschicht nicht überschritten wird.

[0006] Überdies ist aus der EP-A-0 080 124 ein Verfahren zum Einsatzhärten metallischer Werkstücke bekannt, bei dem durch pulsierende Zugabe kohlenstoffhaltiger Gaskomponenten ein hohes Kohlenstoffpotentialgefälle erreicht wird. Die Zufuhr des kohlenstoffhaltigen Gases findet dabei in mehreren Zyklen statt und wird jeweils unterbrochen, sobald in der Randschicht eine Sättigung mit Kohlenstoff erreicht ist. Daneben offenbart die GB-A-2 202 238 ein Verfahren zum Aufkohlen von Werkstücken, bei dem sich die Anreicherungsphase und die Diffusionsphase bis zum Erreichen einer angestrebten Aufkühlungstiefe periodisch abwechseln, um den gewünschten Kohlenstoffgehalt der Randschicht und die angestrebte Aufkühlungstiefe weitgehend unabhängig voneinander und in möglichst kurzer Zeit zu erreichen.

[0007] Nachteilig bei all diesen Verfahren ist ein nicht immer befriedigendes Behandlungsergebnis. Dies ist vor allem darauf zurückzuführen, dass während einer sich an die Anreicherungsphase anschliessenden Diffusionsphase oder Temperaturausgleichsphase keine unmittelbare Einflussnahme mehr auf den Kohlenstoffgehalt der Randschicht besteht. Dieser Umstand kommt in besonderem Masse dann zum

Tragen, wenn sich geringe Anteile an Kohlendioxid oder Wasserdampf in der Gasatmosphäre befinden, die zum Beispiel aufgrund eines Lufteintritts an Leckstellen eines Wärmebehandlungsofens gebildet werden und die einen verstärkten Abbau des Kohlenstoffs in der Randschicht hervorrufen. Darüber hinaus enthalten die zur Regelung des Kohlenstoffpegels während der Anreicherungsphase eingesetzten Prozessgase erhebliche Anteile an sauerstoffhaltigen Komponenten, wie etwa Kohlenmonoxid, Kohlendioxid oder Wasserdampf, die aufgrund des Partialdruckes von Sauerstoff im äusseren Randbereich der aufgekohlten Randschicht eine unerwünschten Randoxidation verursachen.

[0008] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Wärmebehandlung metallischer Werkstücke zu schaffen, mit denen sich bei Vermeidung einer Carbidbildung auf der Oberfläche der zu behandelnden Werkstücke auf vergleichsweise einfache Weise ein verbessertes Behandlungsergebnis erzielen lässt.

[0009] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss durch ein Verfahren zur Wärmebehandlung metallischer Werkstücke, insbesondere zum Aufkohlen oder Carbonitrieren von Eisenwerkstoffen, gelöst, das folgende Verfahrensschritte aufweist:

- a) Erwärmen der Werkstücke auf eine bestimmte Temperatur in einer Stickstoff und einen Kohlenwasserstoff enthaltenden Gasatmosphäre während einer Aufheizphase, wobei die Zufuhr der Mengen an Stickstoff und Kohlenwasserstoff in die Gasatmosphäre derart geregelt wird, dass sich auf den Werkstücken eine Randschicht mit einem Kohlenstoffgehalt innerhalb eines vorgegebenen Bereichs bildet;
- b) Halten der Werkstücke auf der am Ende der Aufheizphase erreichten Temperatur für eine bestimmte Zeitdauer während einer sich anschliessenden Ausgleichsphase, wobei durch die mit der Gasatmosphäre zugeführten Mengen an Stickstoff und Kohlenwasserstoff der Kohlenstoffgehalt der Randschicht weiterhin innerhalb des vorgegebenen Bereichs liegt;
- c) Variieren der Mengen an Stickstoff und Kohlenwasserstoff in der Gasatmosphäre während einer sich an die Ausgleichsphase anschliessenden Anreicherungsphase und einer hierauf folgenden Diffusionsphase, wobei jeweils zunächst in einem ersten Abschnitt zum Erreichen einer vorgegebenen Obergrenze des Kohlenstoffgehalts der Randschicht der Anteil an Stickstoff reduziert und der Anteil an Kohlenwasserstoff erhöht wird und nachfolgend in einem zweiten Abschnitt zum Erreichen einer vorgegebenen Untergrenze des Kohlenstoffgehalts der Randschicht der Anteil an Stickstoff erhöht und der Anteil an Kohlenwasserstoff reduziert wird;
- d) Abkühlen der Werkstücke auf Raumtemperatur während einer sich an die Diffusionsphase anschliessenden Abkühlungsphase.

[0010] Ein solches Verfahren macht sich die Erkenntnis zu Eigen, dass sich ein verbessertes Behandlungsergebnis der Werkstücke dann erreichen lässt, wenn sowohl während der Anreicherungsphase als auch während der Diffusionsphase der Kohlenstoffgehalt der Randschicht durch Variieren der der Gasatmosphäre zugeführten Volumenströme an Stickstoff und Kohlenwasserstoff gezielt in einem vorgegebenen Intervall zwischen einer Untergrenze und einer Obergrenze eingestellt wird. Indem jeweils zunächst in einem ersten Abschnitt der Anteil an Stickstoff reduziert und der Anteil an Kohlenwasserstoff erhöht wird, ergibt sich ein hohes Kohlenstoffangebot in der Gasatmosphäre, das in verhältnismässig kurzer Zeit den Kohlenstoffgehalt der Randschicht bis zu der vorgegebenen Obergrenze anreichert. Durch die nachfolgende Erhöhung des Anteils an Stickstoff und Reduzierung des Anteils an Kohlenwasserstoff in einem zweiten Abschnitt verringert sich das Kohlenstoffpotentialgefälle zwischen Gasatmosphäre und der Randschicht mit der Folge, dass der Kohlenstoffgehalt der Randschicht infolge der Diffusion des Kohlenstoffs in das Innere der Werkstücke auf die vorgegebene Untergrenze absinkt. Auf diese Weise lässt sich ein hinsichtlich der Oberfläche der zu behandelnden Werkstücke optimiertes Kohlenstoffangebot in der Gasatmosphäre bereitstellen, während es zugleich möglich ist, eine unerwünschte Carbid- oder Russbildung auf der Oberfläche der Werkstücke zu vermeiden.

[0011] Die Temperatur, auf die in der Aufheizphase erwärmt wird, die Zeitdauer, für welche die Werkstücke auf dieser Temperatur während der Ausgleichsphase gehalten werden, die Temperaturen, die in der Anreicherungsphase und der Diffusionsphase eingestellt werden, und die in den jeweiligen Verfahrensstadien zugeführten Mengen an Stickstoff und Kohlenstoff richten sich vor allem nach dem Werkstoff der zu behandelnden Werkstücke, der zum Erreichen des angestrebten Kohlenstoffgehalts der Randschicht erforderlichen spezifischen Zusammensetzung der Gasatmosphäre und dem angestrebten Behandlungserfolg, etwa der gewünschten Aufkühlungstiefe. Da die Prozessparameter von den Werkstoffeigenschaften der zu behandelnden Werkstücke abhängen, lassen sich aus allgemein

zugänglichen Datenbanken, wie etwa der Calphad (Calculation of phase diagrams), Stockholm, die für eine bestimmte Stahlzusammensetzung notwendigen Parameterwerte in Hinsicht auf den angestrebten Kohlenstoffgehalt in der Randschicht entnehmen.

[0012] Besonders vorteilhaft ist es, durch eine abwechselnde Wiederholung der ersten und zweiten Abschnitte während der Anreicherungsphase und/oder der Diffusionsphase die Anreicherung der Randschicht mit Kohlenstoff entsprechend dem von dem jeweiligen Werkstoff abhängenden Aufnahmevermögen der Werkstücke anzupassen. In Hinsicht auf die beim Carbonitrieren erforderliche Freisetzung von diffusionsfähigem Stickstoff kann es zudem von Vorteil sein, während der Anreicherungsphase und/oder der Diffusionsphase der Gasatmosphäre Ammoniak, vorzugsweise in einer Größenordnung von 2 Vol.-% bis 20 Vol.-% der Gesamtbegasungsrate, zuzusetzen. Als vorteilhaft hat sich ferner herausgestellt, die Mengen an Stickstoff und Kohlenwasserstoff in der Gasatmosphäre während der Anreicherungsphase und der Diffusionsphase derart zu variieren, dass die Untergrenze des Kohlenstoffgehalts der Randschicht zwischen 0,5 Gew.-% und 0,8 Gew.-% liegt. Bei solch einem Kohlenstoffgehalt der Randschicht ist der Anteil an Stickstoff in der Gasatmosphäre noch ausreichend hoch, um eine sichere Wärmebehandlung zu gewährleisten.

[0013] Um eine unerwünschte Carbid- oder Russbildung auf der Oberfläche der Werkstücke definitiv auszuschliessen, werden die Mengen an Stickstoff und Kohlenwasserstoff in der Gasatmosphäre während der Anreicherungsphase und/oder der Diffusionsphase vorteilhafterweise derart variiert, dass die Obergrenze des Kohlenstoffgehalts der Randschicht geringfügig unterhalb der durch eine bei der jeweils herrschenden Temperatur auftretenden Carbidbildung gekennzeichneten Sättigung von Austenit liegt. Die Obergrenze des Kohlenstoffgehalts der Randschicht kann dabei während der Diffusionsphase so gewählt werden, dass sie den Erfordernissen eines in der nachfolgenden Abkühlungsphase stattfindenden Härtprozesses entspricht.

[0014] Eine besonders vorteilhafte Verfahrensführung ist ausserdem dann gegeben, wenn die Werkstücke während der Aufheizphase auf eine für ein Aufkohlen oder Carbonitrieren günstige Temperatur zwischen 750 DEG C und 1050 DEG C erwärmt werden. Von besonderem Vorteil ist zudem ein Kohlenstoffgehalt der Randschicht während der Aufheizphase im Bereich zwischen 0,2 Gew.-% und 0,5 Gew.-%. Möglicherweise auf den Werkstücken vorhandene Oxid- oder Passivschichten werden auf diese Weise beseitigt oder zumindest so umgewandelt, dass eine gleichmässige Diffusion des Kohlenstoffs in den Werkstoff begünstigt wird. Zu diesem Zweck ist es überdies nützlich, die Werkstücke während der Ausgleichsphase für eine Zeitdauer von 0,1 h bis 1 h auf der am Ende der Aufheizphase erreichten Temperatur zu halten. Im Hinblick auf eine dem angestrebten Behandlungserfolg entsprechende Verfahrensführung kann ausserdem eine bezüglich der Anreicherungsphase reduzierte Temperatur während der Diffusionsphase zweckdienlich sein.

[0015] Eine besonders vorteilhafte Verfahrensführung ist ferner dann gegeben, wenn ungesättigte Kohlenwasserstoffe des Typs  $C_nH_{2n}$ , vorzugsweise Alkene wie etwa Ethylen ( $C_2H_4$ ) und Propylen ( $C_3H_6$ ), gesättigte Kohlenwasserstoffe des Typs  $C_nH_{2n+2}$ , vorzugsweise Alkane wie etwa Ethan ( $C_2H_6$ ) und Propan ( $C_3H_8$ ), oder Alkine wie etwa Acetylen ( $C_2H_2$ ) der Gasatmosphäre beigegeben werden. Vornehmlich Alkine, die sich durch einen geringen Anteil an Wasserstoff auszeichnen, bieten den Vorteil, dass keine weiteren Spaltprodukte erzeugt werden und der Anteil an Wasserstoff in der Gasatmosphäre dementsprechend gering bleibt. Um bei gegebenenfalls in der Gasatmosphäre vorhandenem Sauerstoff, der beispielsweise von einem Lufteintritt an Leckstellen eines Wärmebehandlungsofens herröhrt, einen reduzierenden und damit eine Oxidation der zu behandelnden Werkstücke vermeidenden Zustand der Gasatmosphäre zu erhalten, wird in vorteilhafter Weise ein Reduktionsmittel, vorzugsweise Wasserstoff, der Gasatmosphäre in konstanter oder variabler Menge beigegeben. Der Zeitpunkt und die Menge der Zufuhr an Reduktionsmittel richten sich dabei nach den jeweils vorhandenen Umständen.

[0016] In einer besonders vorteilhaften Weiterbildung des erfindungsgemässen Verfahrens, wird die Zufuhr der Mengen an Stickstoff und Kohlenwasserstoff in die Gasatmosphäre in Abhängigkeit von einem den Kohlenstoffgehalt in der Randschicht repräsentierenden Kennwert, vorzugsweise der Kohlungskennzahl  $K_c$ , geregelt oder datenbankbezogen gesteuert. Die datenbankbezogene Steuerung ist dann von Vorteil, wenn ein den Kohlenstoffgehalt in der Randschicht repräsentierender Kennwert etwa aufgrund messtechnischer Schwierigkeiten nicht zur Verfügung steht. Die Regelung der Zufuhr in Abhängigkeit von einem den Kohlenstoffgehalt in der Randschicht repräsentierenden Kennwert hingegen ermöglicht eine genaue Einstellung des angestrebten Kohlenstoffgehalts der Randschicht, und zwar ohne dass es in besonderem Masse auf die jeweilige Grösse der Oberfläche der zu behandelnden Werkstücke ankommt. Die über den Kohlenstoffgehalt in der Randschicht Aufschluss gebende Kohlungskennzahl  $K_c$

wird beispielsweise durch den Quotienten des Partialdrucks von Methan ( $p\text{CH}_4$ ) und des Quadrats des Partialdrucks von Wasserstoff ( $p\text{H}_2<2>$ ) errechnet ( $K_C = p\text{CH}_4 / p\text{H}_2<2>$ ).

[0017] Zweckmässigerweise werden die Werkstücke während der Abkühlungsphase in einer reduzierenden oder neutralen Gasatmosphäre oder in einem flüssigen Abschreckmedium auf Raumtemperatur abgekühlt.

[0018] Zur Lösung der obigen Aufgabe wird ausserdem eine Vorrichtung zur Wärmebehandlung metallischer Werkstücke vorgeschlagen, die eine Heizkammer, in der die Werkstücke erwärmbar und einer Stickstoff und einen Kohlenwasserstoff enthaltenden Gasatmosphäre aussetzbar sind, aufweist und sich dadurch auszeichnet, dass Mittel vorgesehen sind, mit denen die Zufuhr der Mengen an Stickstoff und Kohlenwasserstoff in die Gasatmosphäre in Abhängigkeit von einem den Kohlenstoffgehalt in der Randschicht repräsentierenden Kennwert, vorzugsweise der Kohlungskennzahl  $K_C$ , regelbar oder datenbankbezogen steuerbar ist. Mit solch einer Vorrichtung lässt sich das erfindungsgemäss Verfahren in zuverlässiger Weise durchführen.

[0019] In Hinsicht auf ein Carbonitrieren der zu behandelnden Werkstücke sind zweckmässigerweise zudem Mittel vorgesehen, mit denen die Zufuhr der Menge an Ammoniak regelbar oder datenbankbezogen steuerbar ist.

[0020] In Weiterbildung dieser Vorrichtung wird ferner vorgeschlagen, dass die Heizkammer hermetisch abschliessbar ausgebildet ist, um das Eindringen von Luft und damit Sauerstoff in die Gasatmosphäre zu vermeiden. Schliesslich wird vorgeschlagen, dass die Heizkammer mit einem Inertgas, vorzugsweise Stickstoff, spülbar ist, so dass unabhängig vom Volumen der Heizkammer der Gehalt an Sauerstoff in der Atmosphäre der Heizkammer nach Einbringen der zu behandelnden Werkstücke in vergleichsweise kurzer Zeit auf < 1 Vol.-% reduzierbar und eine unerwünschte Oxidation der zu behandelnden Werkstücke hierdurch vermeidbar ist.

[0021] Einzelheiten und weitere Vorteile der Gegenstände der vorliegenden Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines bevorzugten Ausführungsbeispiels. In der zugehörigen Zeichnung zeigt die einzige Figur:  
Ein den Verlauf von Temperatur, Kohlenstoffgehalt und verschiedener Volumenströme über der Zeit veranschaulichendes Diagramm.

[0022] Bei dem in Fig. 1 dargestellten Diagramm sind auf der Abszisse die Zeit  $t$  und auf der Ordinate die Temperatur  $\theta$ , der sich in der Randschicht zu behandelnder Werkstücke ergebende Kohlenstoffgehalt  $w_C$ , und die einer Gasatmosphäre zu diesem Zweck zugeführten Volumenströme an Wasserstoff  $V<.>\text{H}_2$ , Stickstoff  $V<.>\text{N}_2$ , Ammoniak  $V<.>\text{NH}_3$  und dem Kohlenwasserstoff Acetylen  $V<.>\text{C}_2\text{H}_2$  abgetragen. Das in Fig. 1 gezeigte Wärmebehandlungsverfahren dient vornehmlich zum Aufkochen metallischer Werkstücke, die aus unterschiedlichen Stählen bestehen können. Der gesamte Verfahrensablauf lässt sich in fünf Phasen untergliedern. In einer ersten Phase, der Aufheizphase A, werden die Werkstücke auf eine Aufkühlungstemperatur  $\theta$  von zum Beispiel 930 DEG C erwärmt. Der zu diesem Zweck verwendete Wärmebehandlungsofen, ein Atmosphärenofen, ist nach Einbringen der Werkstücke in kurzer Zeit mit Stickstoff gespült und anschliessend mit einer Stickstoff und Acetylen enthaltenden Gasatmosphäre geflutet worden. Die Grösse der der Gasatmosphäre zugeführten Volumenströme an Stickstoff  $V<.>\text{N}_2$  und Acetylen  $V<.>\text{C}_2\text{H}_2$  ist derart, dass sich auf den Werkstücken eine Randschicht mit einem Kohlenstoffgehalt  $w_C$  von ca. 0,35 Gew.-% einstellt. Die Zufuhr der Mengen an Stickstoff  $V<.>\text{N}_2$  und Acetylen  $V<.>\text{C}_2\text{H}_2$  in die Gasatmosphäre wird dabei in Abhängigkeit von einem den Kohlenstoffgehalt  $w_C$  in der Randschicht repräsentierenden Kennwert geregelt, der durch ein Messgerät ermittelt wird. Als Messgerät dient ein in dem Wärmebehandlungsofen angeordneter Drahtsensor, wie er in dem Aufsatz von K.-H. Weissohn in HTM 49 (1994) 2, Seite 118 bis 122 beschrieben ist. Wie Fig. 1 ferner erkennen lässt, wird der Gasatmosphäre während der Aufheizphase A zudem ein konstanter Volumenstrom an Wasserstoff  $V<.>\text{H}_2$  von ca. 0,3 m<sup>3</sup>/h zugeführt, um die Gasatmosphäre in einen ausreichend reduzierenden Zustand zu versetzen.

[0023] Während einer auf die Aufheizphase A folgenden Ausgleichsphase B werden die Werkstücke auf der am Ende der Aufheizphase A erreichten Temperatur  $\theta$  von ca. 930 DEG C für ca. 20 min gehalten. Die dabei in die Gasatmosphäre zugeführten Mengen an Stickstoff  $V<.>\text{N}_2$  und Acetylen  $V<.>\text{C}_2\text{H}_2$  werden weiterhin so geregelt, dass sich ein Kohlenstoffgehalt  $w_C$  in der Randschicht der Werkstücke von ca. 0,35 Gew.-% ergibt. Der Volumenstrom an Wasserstoff  $V<.>\text{H}_2$  wird hingegen auf einen Wert von weniger als 0,2 m<sup>3</sup>/h verringt.

[0024] In einer sich an die Ausgleichsphase B anschliessenden Anreicherungsphase C werden die der Gasatmosphäre zugeführten Volumenströme an Stickstoff V/<.>N2 und Acetylen V/<.>C2H2 derart variiert, dass sich ein Kohlenstoffgehalt  $w_c$  der Randschicht in einem Intervall zwischen einer Untergrenze  $Gu$  von ca. 0,7 Gew.-% und einer Obergrenze  $Go$  von ca. 1,2 Gew.-% einstellt. Bei der in der Anreicherungsphase C fortgesetzt herrschenden Temperatur  $\theta$  von ca. 930 DEG C liegt die Obergrenze  $Go$  von ca. 1,2 Gew.-% unterhalb der für unlegierte Einsatzstähle durch eine auftretende Carbid- und Russbildung gekennzeichneten Sättigungsgrenze von Austenit. Um zunächst die Obergrenze  $Go$  zu erreichen, wird in einem ersten Abschnitt der Volumenstrom an Stickstoff V/<.>N2 reduziert und der Volumenstrom an Acetylen V/<.>C2H2 erhöht. Sobald der Kohlenstoffgehalt  $w_c$  die Obergrenze  $Go$  erreicht hat, wird zum Erreichen der Untergrenze  $Gu$  in einem zweiten Abschnitt der Volumenstrom an Stickstoff V/<.>N2 wieder erhöht, wohingegen der Volumenstrom an Acetylen V/<.>C2H2 reduziert wird. Die ersten und zweiten Abschnitte werden innerhalb der Anreicherungsphase C abwechselnd wiederholt, wodurch eine Anpassung der Anreicherung der Randschicht mit Kohlenstoff entsprechend dem von dem jeweiligen Werkstoff abhängenden Aufnahmevermögen der Werkstücke erreicht wird. Zu diesem Zweck ist zudem die Dauer und damit die jeweilige Grösse der Volumenströme an Stickstoff V/<.>N2 und Acetylen V/<.>C2H2 während den ersten und zweiten Abschnitten ungleichmässig, wie den unterschiedlich steilen Flanken der Kurve des Kohlenstoffgehalts  $w_c$  in Fig. 1 zu entnehmen ist. Der anlagen- und prozessangepasste Volumenstrom an Wasserstoff V/<.>H2 wird während der Anreicherungsphase C auf ca. 0,2 m<3>/h erhöht.

[0025] Auf die Anreicherungsphase C folgt eine Diffusionsphase D, bei der die Temperatur  $\theta$  auf ca. 880 DEG C verringert wird. In Hinsicht auf einen nachfolgenden Härteprozess wird die Obergrenze  $Go$  auf ca. 0,8 Gew.-% herabgesetzt. Entsprechend der Vorgehensweise während der Anreicherungsphase C wird das thermodynamische Gleichgewicht zwischen der Gasatmosphäre und der Randschicht der zu behandelnden Werkstücke durch Variieren der der Gasatmosphäre zugeführten Volumenströme an Stickstoff V/<.>N2 und Acetylen V/<.>C2H2 in ersten und zweiten Abschnitten derart eingestellt, dass der Kohlenstoffgehalt  $w_c$  der Randschicht im Intervall zwischen der Untergrenze  $Gu$  von ca. 0,7 Gew.-% und der Obergrenze  $Go$  von ca. 0,8 Gew.-% liegt. Der anlagen- und prozessangepasste Volumenstrom an Wasserstoff V/<.>H2 wird während der Diffusionsphase D erneut auf einen Wert unterhalb von 0,2 m<3>/h vermindert. Schliesslich werden die Werkstücke während einer der Diffusionsphase D nachfolgenden Abkühlungsphase E auf Raumtemperatur abgekühlt.

[0026] Findet anstelle eines reinen Aufkohlungsprozesses ein Carbonitrieren statt, kann - wie in Fig. 1 ersichtlich - der Gasatmosphäre während der Anreicherungsphase C und der Diffusionsphase D zusätzlich Ammoniak V/<.>NH3 zugeführt werden, wobei sich die Menge an zugeführtem Ammoniak V/<.>NH3 in einer Grössenordnung von 2 Vol.-% bis 20 Vol.-% der Gesamtbegasungsrate bewegt.

[0027] Das zuvor beschriebene Verfahren zeichnet sich durch die volumenstrommässige Regelung der der Gasatmosphäre zugeführten Mengen an Stickstoff V/<.>N2 und Acetylen V/<.>C2H2 in den einzelnen Verfahrensstadien aus, wodurch ein im Vergleich mit herkömmlichen Aufkohlungsverfahren verbessertes Behandlungsergebnis erzielt wird. Ursächlich hierfür ist vor allem, dass das Kohlenstoffangebot in der Gasatmosphäre auf diese Weise entsprechend dem Werkstoff und der Oberfläche der zu behandelnden Werkstücke und damit dem Aufnahmevermögen der Randschicht anpassbar ist. Nicht zuletzt trägt zu diesem Ergebnis in besonderem Masse auch die Möglichkeit bei, abwechselnde erste und zweite Abschnitte unterschiedlicher Kohlenstoffgehalte  $w_c$  während der Anreicherungsphase C und der Diffusionsphase D vorzusehen.

[0028] Bezugszeichenliste

A Aufheizphase  
B Ausgleichsphase  
C Anreicherungsphase  
D Diffusionsphase  
E Abkühlungsphase

t Zeit  
theta Temperatur  
 $w_c$  Kohlenstoffgehalt  
 $Go$  Obergrenze Kohlenstoffgehalt

Gu Untergrenze Kohlenstoffgehalt

V/<.>C2H2 Volumenstrom Acetylen

V/<.>N2 Volumenstrom Stickstoff

V/<.>H2 Volumenstrom Wasserstoff

V/<.>NH3 Volumenstrom Ammoniak

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

## Process and apparatus for heat treating of metallic workpieces

### Claims of EP1160349

1. Verfahren zur Wärmebehandlung metallischer Werkstücke, insbesondere zum Aufkohlen oder Carbonitrieren von Eisenwerkstoffen, bestehend aus folgenden Verfahrensschritten:

- a) Erwärmen der Werkstücke auf eine bestimmte Temperatur (  $\theta$  ) in einer Stickstoff und einen Kohlenwasserstoff enthaltenden Gasatmosphäre während einer Aufheizphase ( A ), wobei die Zufuhr der Mengen an Stickstoff (  $V/N_2$  ) und Kohlenwasserstoff (  $V/C_2H_2$  ) in die Gasatmosphäre derart geregelt wird, dass sich auf den Werkstücken eine Randschicht mit einem Kohlenstoffgehalt (  $w_c$  ) innerhalb eines vorgegebenen Bereichs bildet;
- b) Halten der Werkstücke auf der am Ende der Aufheizphase ( A ) erreichten Temperatur (  $\theta$  ) für eine bestimmte Zeitdauer während einer sich anschliessenden Ausgleichsphase ( B ), wobei durch die mit der Gasatmosphäre zugeführten Mengen an Stickstoff (  $V/N_2$  ) und Kohlenwasserstoff (  $V/C_2H_2$  ) der Kohlenstoffgehalt (  $w_c$  ) der Randschicht weiterhin innerhalb des vorgegebenen Bereichs liegt;
- c) Variieren der Mengen an Stickstoff (  $V/N_2$  ) und Kohlenwasserstoff (  $V/C_2H_2$  ) in der Gasatmosphäre während einer sich an die Ausgleichsphase ( B ) anschliessenden Anreicherungsphase ( C ) und einer hierauf folgenden Diffusionsphase ( D ), wobei jeweils zunächst in einem ersten Abschnitt zum Erreichen einer vorgegebenen Obergrenze (  $G_o$  ) des Kohlenstoffgehalts (  $w_c$  ) der Randschicht der Anteil an Stickstoff (  $V/N_2$  ) reduziert und der Anteil an Kohlenwasserstoff (  $V/C_2H_2$  ) erhöht wird und nachfolgend in einem zweiten Abschnitt zum Erreichen einer vorgegebenen Untergrenze (  $G_u$  ) des Kohlenstoffgehalts (  $w_c$  ) der Randschicht der Anteil an Stickstoff (  $V/N_2$  ) erhöht und der Anteil an Kohlenwasserstoff (  $V/C_2H_2$  ) reduziert wird;
- d) Abkühlen der Werkstücke auf Raumtemperatur während einer sich an die Diffusionsphase ( D ) anschliessenden Abkühlungsphase ( E ).

2. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch eine abwechselnde Wiederholung der ersten und zweiten Abschnitte während der Anreicherungsphase ( C ) und/oder der Diffusionsphase ( D ).

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass während der Anreicherungsphase ( C ) und/oder der Diffusionsphase ( D ) der Gasatmosphäre Ammoniak (  $V/NH_3$  ), vorzugsweise in einer Größenordnung von 2 Vol.-% bis 20 Vol.-% der Gesamtbegasungsrate, zugesetzt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Mengen an Stickstoff (  $V/N_2$  ) und Kohlenwasserstoff (  $V/C_2H_2$  ) in der Gasatmosphäre während der Anreicherungsphase ( C ) und der Diffusionsphase ( D ) derart variiert werden, dass die Untergrenze (  $G_u$  ) des Kohlenstoffgehalts (  $w_c$  ) der Randschicht zwischen 0,5 Gew.-% und 0,8 Gew.-% liegt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Mengen an Stickstoff (  $V/N_2$  ) und Kohlenwasserstoff (  $V/C_2H_2$  ) in der Gasatmosphäre während der Anreicherungsphase ( C ) derart variiert werden, dass die Obergrenze (  $G_o$  ) des Kohlenstoffgehalts (  $w_c$  ) der Randschicht geringfügig unterhalb der durch eine bei der jeweils herrschenden Temperatur (  $\theta$  ) auftretenden Carbidbildung gekennzeichneten Sättigung von Austenit liegt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Werkstücke während der Aufheizphase ( A ) auf eine Temperatur (  $\theta$  ) zwischen 750 DEG C und 1050 DEG C erwärmt werden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, gekennzeichnet durch einen Kohlenstoffgehalt (  $w_c$  ) der Randschicht während der Aufheizphase ( A ) im Bereich zwischen 0,2 Gew.-% und 0,5 Gew.-%.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Werkstücke während der Ausgleichsphase ( B ) für eine Zeitdauer von 0,1 h bis 1 h auf der am Ende der Aufheizphase ( A ) erreichten Temperatur (  $\theta$  ) gehalten werden.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, gekennzeichnet durch eine bezüglich der

Anreicherungsphase (C) reduzierte Temperatur ( theta ) während der Diffusionsphase (D).

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass ungesättigte Kohlenwasserstoffe des Typs C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>, vorzugsweise Alkene wie etwa Ethylen (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) und Propylen (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>), gesättigte Kohlenwasserstoffe des Typs C<sub>n</sub>H<sub>2n+2</sub>, vorzugsweise Alkane wie etwa Ethan (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>) und Propan (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>), oder Alkine wie etwa Acetylen (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) der Gasatmosphäre beigegeben werden.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass ein Reduktionsmittel, vorzugsweise Wasserstoff (V/<.>H<sub>2</sub>), der Gasatmosphäre in konstanter oder variabler Menge beigegeben wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Zufuhr der Mengen an Stickstoff (V/<.>N<sub>2</sub>) und Kohlenwasserstoff (V/<.>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) in die Gasatmosphäre in Abhängigkeit von einem den Kohlenstoffgehalt (w<sub>c</sub>) in der Randschicht repräsentierenden Kennwert, vorzugsweise der Kohlungskennzahl K<sub>c</sub>, geregelt oder datenbankbezogen gesteuert wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Werkstücke während der Abkühlungsphase (E) in einer reduzierenden oder neutralen Gasatmosphäre oder in einem flüssigen Abschreckmedium auf Raumtemperatur abgekühlt werden.

14. Vorrichtung zur Wärmebehandlung metallischer Werkstücke, insbesondere zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 13, mit einer Heizkammer, in der die Werkstücke erwärmbar und einer Stickstoff und einen Kohlenwasserstoff enthaltenden Gasatmosphäre aussetzbar sind, dadurch gekennzeichnet, dass Mittel vorgesehen sind, mit denen die Zufuhr der Mengen an Stickstoff (V/<.>N<sub>2</sub>) und Kohlenwasserstoff (V/<.>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) in die Gasatmosphäre in Abhängigkeit von einem den Kohlenstoffgehalt (w<sub>c</sub>) in der Randschicht repräsentierenden Kennwert, vorzugsweise der Kohlungskennzahl K<sub>c</sub>, regelbar oder datenbankbezogen steuerbar ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass Mittel vorgesehen sind, mit denen die Zufuhr der Menge an Ammoniak (V/<.>NH<sub>3</sub>) regelbar oder datenbankbezogen steuerbar ist.

16. Vorrichtung nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizkammer hermetisch abschliessbar ausgebildet ist.

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizkammer mit einem Inertgas, vorzugsweise Stickstoff, spülbar ist.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide